

Der Druck, bei dem die Abtrennung des Kohlendioxids durchgeführt wird, ist ebenfalls nicht kritisch. Man kann das Verfahren z. B. von 1 bar (abs.) bis 11 bar (abs.), z. B. auch bei Umgebungsdruck durchführen. Vorteilhaft arbeitet man im Bereich von 1 bar (abs.) bis 2 bar (abs.).

Als Molekularsieb wird vorteilhaft Molekularsieb 4 Å Typ A, vorzugsweise in der Na-Form eingesetzt. Es liegt zweckmäßig partikelförmig vor, z. B. in Kugelform mit einem Durchmesser im Bereich bis 10 mm. Gut geeignet sind Partikel einer Größe im Bereich von 2,5 bis 5 mm. Molekularsieb mit großer innerer Oberfläche, z. B. 500 m²/g und mehr, weist aufgrund des großen Hohlraumvolumens und der großen inneren Oberfläche eine hohe Adsorptionskapazität auf.

Sofern das Sulfurylfluorid SO₂ und/oder Wasser enthält, wird bzw. werden diese Verunreinigungen ebenfalls sorbiert.

Gewünschtenfalls kann das erfindungsgemäße Verfahren zur Abtrennung von Kohlendioxid aus Sulfurylfluorid mit anderen Reinigungsoperationen kombiniert werden. Beispielsweise kann man eine Nasswäsche vorschalten. Mittels der Nasswäsche lässt sich der Gehalt an SO₂, HF und HCl verringern. Die Effektivität wird verbessert, wenn man alkalische Lösungen verwendet; allerdings gehen damit Verluste an Sulfurylfluorid durch Hydrolyse einher.

In Kombination mit der Nasswäsche weist das erfindungsgemäße Verfahren den Vorteil auf, dass neben Kohlendioxid auch etwaig in das Sulfurylfluorid eingebrachtes Wasser abgetrennt wird.

Es ist auch eine Kombination mit anderen Reinigungsoperationen möglich, beispielsweise mit dem in der WO 03/066520 offenbarten Verfahren zur Abtrennung von SO₂ und Sulfurylchlorfluorid mittels Aluminiumoxid.

Das mit CO₂ und gegebenenfalls anderen Verunreinigungen und SO₂F₂ beladene Molekularsieb kann regeneriert werden. Dazu wird es mit Vakuum und/oder höherer Temperatur, beispielsweise 150 °C oder höher, beaufschlagt. Eine Inertgasspülung während der Desorption, z. B. mit Stickstoff, ist zweckmäßig.

Das Verfahren weist den Vorteil auf, dass Kohlendioxid aus Sulfurylfluorid entfernt werden kann, ohne gleichzeitig Sulfurylfluorid zu adsorbieren oder zu zersetzen.

Das folgende Beispiel soll die Erfindung weiter erläutern, ohne sie in ihrem Umfang einzuschränken.

Beispiel:

Herstellung von CO₂-armem Sulfurylfluorid

Eingesetztes Molekularsieb:

45 kg Molekularsieb 4 Å (= 0,4 nm) Typ A in der Na-Form. Verwendet wurde TE 146 der Firma UOP in Form binderfreier Perlen mit einem Durchmesser von 2,5 bis 5 mm; Adsorptionsoberfläche etwa 800 m²/g.

Zu reinigendes Sulfurylfluorid:

580 kg Sulfurylfluorid mit einem Flüssigphasengehalt von 1,4 Gew.-% CO₂.

Durchführung:

Das Sulfurylfluorid wurde über eine Zeitdauer von 60 h gasförmig über das Molekularsieb im Kreislauf gefahren. Im Gasstrom nach der Adsorption konnten keine CO₂-Anteile mehr nachgewiesen werden. Der CO₂-Gehalt der Flüssigphase hatte sich nach dieser Zeit auf 0,16 Gew.-% verringert. Damit waren etwa 7 kg CO₂ vom Molekularsieb adsorbiert worden.

Desorption:

Das Molekularsieb wurde unter N₂-Spülung und 48 h bei 200 °C regeneriert. Es konnte danach wiederum für die Adsorption von CO₂ aus Sulfurylfluorid verwendet werden.

Somit erweist sich das Verfahren, besonders in Form einer Wechseladsorption, als technisch einfache und kostengünstige Lösung.

Beispiel:

Herstellung von CO₂-armem Sulfurylfluorid

Eingesetztes Molekularsieb:

45 kg Molekularsieb 4 Å (= 0,4 nm) Typ A in der Na-Form. Verwendet wurde TE 146 der Firma UOP in Form binderfreier Perlen mit einem Durchmesser von 2,5 bis 5 mm; Adsorptionsoberfläche etwa 800 m²/g.

Zu reinigendes Sulfurylfluorid:

580 kg Sulfurylfluorid mit einem Flüssigphasengehalt von 1,4 Gew.-% CO₂.

Durchführung:

Das Sulfurylfluorid wurde über eine Zeitdauer von 60 h gasförmig über das Molekularsieb im Kreislauf gefahren. Im Gasstrom nach der Adsorption konnten keine CO₂-Anteile mehr nachgewiesen werden. Der CO₂-Gehalt der Flüssigphase hatte sich nach dieser Zeit auf 0,16 Gew.-% verringert. Damit waren etwa 7 kg CO₂ vom Molekularsieb adsorbiert worden.

Desorption:

Das Molekularsieb wurde unter N₂-Spülung und 48 h bei 200 °C regeneriert. Es konnte danach wiederum für die Adsorption von CO₂ aus Sulfurylfluorid verwendet werden.

Somit erweist sich das Verfahren, besonders in Form einer Wechseladsorption, als technisch einfache und kostengünstige Lösung.

Der Druck, bei dem die Abtrennung des Kohlendioxids durchgeführt wird, ist ebenfalls nicht kritisch. Man kann das Verfahren z. B. von 1 bar (abs.) bis 11 bar (abs.), z. B. auch bei Umgebungsdruck durchführen. Vorteilhaft arbeitet man im Bereich von 1 bar (abs.) bis 2 bar (abs.).

Als Molekularsieb wird vorteilhaft Molekularsieb 4 Å Typ A, vorzugsweise in der Na-Form eingesetzt. Es liegt zweckmäßig partikelförmig vor, z. B. in Kugelform mit einem Durchmesser im Bereich bis 10 mm. Gut geeignet sind Partikel einer Größe im Bereich von 2,5 bis 5 mm. Molekularsieb mit großer innerer Oberfläche, z. B. 500 m²/g und mehr, weist aufgrund des großen Hohlraumvolumens und der großen inneren Oberfläche eine hohe Adsorptionskapazität auf.

Sofern das Sulfurylfluorid SO₂ und/oder Wasser enthält, wird bzw. werden diese Verunreinigungen ebenfalls sorbiert.

Gewünschtenfalls kann das erfindungsgemäße Verfahren zur Abtrennung von Kohlendioxid aus Sulfurylfluorid mit anderen Reinigungsoperationen kombiniert werden. Beispielsweise kann man eine Nasswäsche vorschalten. Mittels der Nasswäsche lässt sich der Gehalt an SO₂, HF und HCl verringern. Die Effektivität wird verbessert, wenn man alkalische Lösungen verwendet; allerdings gehen damit Verluste an Sulfurylfluorid durch Hydrolyse einher.

In Kombination mit der Nasswäsche weist das erfindungsgemäße Verfahren den Vorteil auf, dass neben Kohlendioxid auch etwaig in das Sulfurylfluorid eingebrachtes Wasser abgetrennt wird.

Es ist auch eine Kombination mit anderen Reinigungsoperationen möglich, beispielsweise mit dem in der WO 03/066520 offenbarten Verfahren zur Abtrennung von SO₂ und Sulfurylchlorfluorid mittels Aluminiumoxid.

Das mit CO₂ und gegebenenfalls anderen Verunreinigungen und SO₂F₂ beladene Molekularsieb kann regeneriert werden. Dazu wird es mit Vakuum und/oder höherer Temperatur, beispielsweise 150 °C oder höher, beaufschlagt. Eine Inertgasspülung während der Desorption, z. B. mit Stickstoff, ist zweckmäßig.

Das Verfahren weist den Vorteil auf, dass Kohlendioxid aus Sulfurylfluorid entfernt werden kann, ohne gleichzeitig Sulfurylfluorid zu adsorbieren oder zu zersetzen.

Das folgende Beispiel soll die Erfindung weiter erläutern, ohne sie in ihrem Umfang einzuschränken.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Abtrennung von Kohlendioxid aus Sulfurylfluorid, umfassend den Schritt des Kontaktierens des kohlendioxidhaltigen Sulfurylfluorids mit Molekularsieb 4 Å (= 0,4 nm).

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man das Verfahren batchweise oder kontinuierlich durchführt.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das beladene Molekularsieb regeneriert wird.

4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass man es kontinuierlich im Wechselbetrieb durchführt, so dass ein oder mehrere Adsorber regeneriert werden und ein oder mehrere Adsorber mit dem Sulfurylfluorid kontaktiert werden.

5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man die Stufe des Kontaktierens bei einer Temperatur im Bereich von 0 bis 40 °C durchführt.

6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man die Stufe des Kontaktierens bei einem Druck von 1 bar (abs.) bis 11 bar (abs.) durchführt.

7. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Sulfurylfluorid auch mit Schwefeldioxid verunreinigt ist und dass mindestens ein Teil des Schwefeldioxids zusammen mit dem CO₂ adsorbiert wird.

8. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man zusätzlich weitere Reinigungsoperationen zur Abtrennung von Verunreinigungen aus dem Sulfurylfluorid durchführt.

9. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass als weitere Reinigungsoperation eine Naß- oder Trockenreinigung vorgenommen wird, die vor dem Kontaktieren des Sulfurylfluorids mit Molekularsieb 4 Å vorgenommen wird.

Page blank (uspio)

Patentansprüche

1. Verfahren zur Abtrennung von Kohlendioxid aus Sulfurylfluorid, umfassend den Schritt des Kontaktierens des kohlendioxidhaltigen Sulfurylfluorids mit Molekularsieb 4 Å (= 0,4 nm).

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man das Verfahren batchweise oder kontinuierlich durchführt.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das beladene Molekularsieb regeneriert wird.

4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass man es kontinuierlich im Wechselbetrieb durchführt, so dass ein oder mehrere Adsorber regeneriert werden und ein oder mehrere Adsorber mit dem Sulfurylfluorid kontaktiert werden.

5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man die Stufe des Kontaktierens bei einer Temperatur im Bereich von 0 bis 40 °C durchführt.

6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man die Stufe des Kontaktierens bei einem Druck von 1 bar (abs.) bis 11 bar (abs.) durchführt.

7. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Sulfurylfluorid auch mit Schwefeldioxid verunreinigt ist und dass mindestens ein Teil des Schwefeldioxids zusammen mit dem CO₂ adsorbiert wird.

8. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man zusätzlich weitere Reinigungsoperationen zur Abtrennung von Verunreinigungen aus dem Sulfurylfluorid durchführt.

9. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass als weitere Reinigungsoperation eine Naß- oder Trockenreinigung vorgenommen wird, die vor dem Kontaktieren des Sulfurylfluorids mit Molekularsieb 4 Å vorgenommen wird.

THIS PAGE BLANK (uspto)